



PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **10324857 A**(43) Date of publication of application: **08.12.98**

(51) Int. Cl.

C09J133/06
C09J 7/02
C09J133/14
//(C09J133/06 , C09J163:00),
(C09J133/14 , C09J163:00)

(21) Application number: **09135576**(22) Date of filing: **26.05.97**(71) Applicant: **SOKEN CHEM & ENG CO**
LTD/INTEC CORP(72) Inventor: **SUWA TATSUHIRO**
YAMAGISHI TOSHIMASA
NODE SHUNSAKU

(54) **PRESSURE-SENSITIVE ADHESIVE**
COMPOSITION AND PRESSURE-SENSITIVE
ADHESIVE TAPE

COPYRIGHT: (C)1998,JPO

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a pressure-sensitive adhesive composition which has pressure-sensitive adhesiveness at ordinary temperature and undergoes a curing reaction to develop increased bonding strength when heated and a pressure-sensitive adhesive tape coated therewith.

SOLUTION: There is provided a pressure-sensitive adhesive composition comprising a (meth)acrylate copolymer comprising a (meth)acrylic ester (a) in which the ester moiety is an aliphatic or aromatic hydrocarbon compound, an ether-bond-containing (meth)acrylic ester (b) and a functional-group-containing monomer (c) and a phenolic resin. This composition is applied to at least either surface of a support 2 to form a pressure-sensitive adhesive layer 3, and a release layer 4 is formed thereon to form a pressure-sensitive adhesive tape 1. The mixing ratio among components (a), (b) and (c), a/b/c, is (0-94)/(5-99.9)/(0.1-20).



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-324857

(43) 公開日 平成10年(1998)12月8日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

F I

C 0 9 J 133/06

C 0 9 J 133/06

7/02

7/02

Z

133/14

133/14

// (C 0 9 J 133/06

163: 00)

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 8 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号

特願平9-135576

(22) 出願日

平成9年(1997)5月26日

(71) 出願人 000202350

綜研化学株式会社

東京都豊島区高田3丁目29番5号

(71) 出願人 000102980

リンテック株式会社

東京都板橋区本町23番23号

(72) 発明者 諏訪 達弘

埼玉県狭山市上広瀬130番地 綜研化学株式会社研究所内

(72) 発明者 山岸 利正

東京都板橋区本町23番23号 リンテック株式会社内

(74) 代理人 弁理士 谷 義一 (外3名)

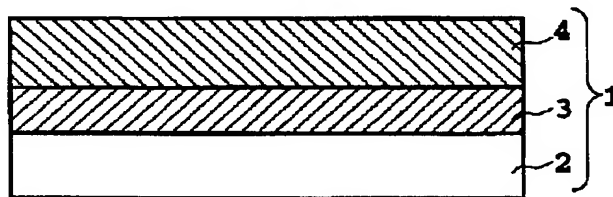
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 粘着剤組成物および粘着テープ

(57) 【要約】

【課題】 常温で粘着力を有し、加熱することによって硬化反応を生じ、接着強度が増す粘着剤組成物およびこれを用いた粘着テープを提供すること。

【解決手段】 a) エステル基部が脂肪族系または芳香族系炭化水素化合物よりなる (メタ) アクリル酸エステル、b) エーテル結合を含有する (メタ) アクリル酸エステルおよびc) 官能基含有モノマーからなる (メタ) アクリル系共重合体と、フェノール樹脂とからなる粘着剤組成物。この粘着剤組成物を基材2の片面または両面に塗工して粘着剤層3とし、この上に剥離層4を設けて粘着テープ1とする。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 a) エステル基が脂肪族系または芳香族系炭化水素化合物よりなる(メタ)アクリル酸エステル、

b) エーテル結合を含有する(メタ)アクリル酸エステルおよび

c) 官能基含有モノマー

からなる(メタ)アクリル系共重合体と、フェノール樹脂とからなる粘着剤組成物。

【請求項2】 前記成分a), b), c)の配合量比が、

$a/b/c = 0 \sim 94.9/5 \sim 99.9/0.1 \sim 20$ であることを特徴とする請求項1記載の粘着剤組成物。

【請求項3】 粘着剤組成物に架橋剤を配合し、基材に塗工し、熱成した後の熱硬化型粘着剤層の可視光線透過率が20%以上、プローブタック値が50g以上であることを特徴とする請求項1記載の粘着剤組成物。

【請求項4】 アクリル系ポリマーと、フェノール系樹脂とを含んでなり、常温で粘着力を有し、加熱することによって硬化反応を生じて接着強度が増すことを特徴とする請求項1記載の粘着剤組成物。

【請求項5】 請求項1～4のいずれかに記載の粘着剤組成物を基材の片面または両面に塗工したことを特徴とする粘着テープ。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は粘着剤組成物およびこれを用いた粘着テープに関し、さらに詳しくは、アクリル系ポリマーを主成分とする粘着剤組成物およびこれを用いた粘着テープに関するものである。本発明の粘着剤組成物および粘着テープは、例えば、マスキング材、封緘材、表面保護材、接続材、固定材、情報表示(ラベル、ステッカー等)等の分野に幅広く適用し得る。また、本発明の粘着剤組成物および粘着テープは特に常温で粘着力を有し、加熱することにより硬化反応を生じ、接着強度が増すという特長を応用して構造部材用、鋼板・樹脂等の防食用、表面保護用等の用途に好適に使用できる。

【0002】

【従来の技術】最近、粘着剤に対する高機能、高性能化の要求がいつそう高まり、前記したように常温で粘着力を有し、加熱することによって硬化反応が生じ接着強度が増す粘着剤組成物およびこれを用いた粘着テープが望まれている。

【0003】従来の熱硬化型の粘着テープは粘着剤の保存安定性が悪く、また、初期接着性(タック)も十分でないため、貼り適性(硬化前に剥がれる、曲面に適用できない)が悪かった。さらに硬化後も、長期的な使用(屋外の構造部材、自動車体等の外面部材等)の場合

は、耐久性、耐候性、耐水性等に問題があった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、上述の実状に鑑み、保存安定性に優れ、常温で粘着力を有し、加熱することによって硬化反応を生じ、接着強度が増し、耐久性、耐候性、耐水性に優れた粘着剤組成物およびこれを用いた粘着テープを提供することである。

【0005】また、上述のように、保存安定性に優れ、常温で粘着力を有し、加熱によってさらに硬化して強い接着力を発現するので、仮止めすることができ、位置決めが完了してから熱を加えて硬化させることができるので作業効率がよい粘着テープを提供することである。

【0006】また、使用時に粘着剤であるが、経時的に凝集強度が向上するものと異なり、所望の時に短時間で硬化させることができるので、最終的接着力を発現するのに時間を要しない粘着テープを提供することである。

【0007】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するために、本発明の粘着剤組成物は、

a) エステル基が脂肪族系または芳香族系炭化水素化合物よりなる(メタ)アクリル酸エステル、

b) エーテル結合を含有する(メタ)アクリル酸エステル

c) 官能基含有モノマー

からなる(メタ)アクリル系共重合体と、フェノール樹脂とからなることを特徴とする。

【0008】前記成分a), b), c)の量比が、 $a/b/c = 0 \sim 94.9/5 \sim 99.9/0.1 \sim 20$ であることが好ましい。

【0009】また、本発明の粘着剤組成物は、粘着剤組成物に架橋剤を配合し、基材に塗工し、熱成した後の熱硬化型粘着剤層の可視光線透過率が20%以上、プローブタック値が50g以上であることを特徴とする。

【0010】さらにまた、本発明の粘着剤組成物は、アクリル系ポリマーと、フェノール系樹脂とを含んでなり、常温で粘着力を有し、加熱することによって硬化反応を生じて接着強度が増すことを特徴とする。

【0011】本発明の粘着テープは前記粘着剤組成物を基材の片面または両面に塗工したことを特徴とする。

【0012】

【発明の実施の形態】本発明の粘着剤組成物で使用しているフェノール樹脂は極性が高いため、一般に使用されている、ブチルアクリレート(BA)、2-エチルヘキシルアクリレート(2EHA)、アクリル酸(AA)を主体とするアクリルポリマーでは、フェノール樹脂との相溶性をよくするためにポリマーの極性を高めにすることが必要であり、このためAA含有量を多くしたり、あるいはメチルアクリレート(MA)やエチルアクリレート(EA)を共重合するという処方がとられる。しかしこのような処方をとると、フェノール樹脂との相溶性が上がる

ものの、ポリマーのガラス転移点 (T_g) が高くなり、初期粘着力の低下という問題が生じる。

【0013】そこで、本発明では、フェノール樹脂との相溶性と初期粘着力・タックを両立させるためエーテル結合含有アクリルモノマーの使用を試みたところ、良好*

モノマー	T _g (°C)
BA	-54
2EHA	-70
MA	8
EA	-22
AA	105
MEA	-50
(メトキシエチルアクリレート)	

【0016】ここに、「(メタ)アクリル酸」という用語は、アクリル酸、メタアクリル酸およびそれらの混合物を意味する。また、「(メタ)アクリレート」はアクリレート、メタアクリレートおよびそれらの混合物を意味する。

【0017】本発明で使用できる(メタ)アクリル系共重合体は、a) エステル基が脂肪族系または芳香族系炭化水素化合物よりなる(メタ)アクリル酸エステル、b) エーテル結合を含有する(メタ)アクリル酸エステル、およびc) 官能基含有モノマーからなる。

【0018】エステル基が脂肪族系または芳香族系炭化水素化合物よりなる(メタ)アクリル酸エステル(成分a)の例としては、メチル(メタ)アクリレート、エチル(メタ)アクリレート、プロピル(メタ)アクリレート、n-ブチル(メタ)アクリレート、i s o-ブチル(メタ)アクリレート、2-エチルヘキシル(メタ)アクリレート、n-オクチル(メタ)アクリレート、i s o-オクチル(メタ)アクリレート、ラウリル(メタ)アクリレート、ステアリル(メタ)アクリレート、シクロヘキシル(メタ)アクリレート、ベンジル(メタ)アクリレート等が挙げられる。好ましくは、炭素数1~8である。

【0019】エーテル結合を有する(メタ)アクリル酸エステル(成分b)の例としては、メトキシエチル(メタ)アクリレート、エトキシエチル(メタ)アクリレート、ブトキシエチル(メタ)アクリレート、3-メトキシプロピル(メタ)アクリレート、エチルカルビトール(メタ)アクリレート、メチルトリグリコール(メタ)アクリレート、メトキシプロピレングリコール(メタ)アクリレート、2-エチルヘキシルジグリコール(メタ)アクリレート、フェノキシエチル(メタ)アクリレート、テトラヒドロフルフリル(メタ)アクリレート、ノニルフェノールエチレングリコール付加(メタ)アクリレートなどがある。好ましくは炭素数3~10である。

*な結果を得たものである。

【0014】なお、参考のために、表1にモノマーのガラス転移点(T_g)を示す。

【0015】

【表1】

【0020】官能基含有モノマー(成分c)の例としては、(メタ)アクリレート酸、β-カルボキシエチルアクリレート、イタコン酸、クロトン酸、マレイン酸、無水マレイン酸、およびマレイン酸ブチルなどのカルボキシル基を含有するモノマー；2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、2-ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート、4-ヒドロキシブチル(メタ)アクリレート、クロロ-2-ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート、ジエチレングリコールモノ(メタ)アクリレート、およびアリールアルコールなどの水酸基を含有するモノマー；アミノメチル(メタ)アクリレート、ジメチルアミノメチル(メタ)アクリレート、ジメチルアミノエチル(メタ)アクリレート、ジメチルアミノプロピル(メタ)アクリレート、およびビニルピリジンなどのアミノ基を含有するモノマー；およびアセトアセチル基を含有するモノマーなどをあげることができる。これらは単独あるいは組み合わせて使用することができる。

【0021】これらの中でも、カルボキシル基を含有するモノマーおよび水酸基を含有するモノマーが好ましい。

【0022】(メタ)アクリル酸系共重合体の各成分の配合量の比は、通常a/b/c=0~94.9/5~99.9/0.1~20であり、好ましくはa/b/c=20~89/10~70/1~10である。これらの量比をはずれると所望の特性が得られない。

【0023】この(メタ)アクリル酸系共重合体は、重量平均分子量が20万~100万であり、30万~70万が好ましい。重量平均分子量が20万以下のときは凝集力が低下し、100万以上のときは初期接着力が低下する。

【0024】なお、本発明における(メタ)アクリル酸系共重合体は、(メタ)アクリル酸エステルと多官能性化合物に対する反応性を有する重合性モノマーとの共重合体であるが、さらにこの(メタ)アクリル酸系共重合

体には、この高分子量（メタ）アクリル酸系共重合体の特性を損なわない範囲内で、他の単量体が共重合していてもよい。

【0025】ここで、共重合することができる他の単量体としては、酢酸ビニル、スチレン、メチルスチレン、ビニルトルエン、アクリロニトリル、（メタ）アクリルアミドおよびN-メチルアクリルアミドなどを挙げることができる。この単量体の重合量は、（メタ）アクリレートエステルと多官能性化合物に対する反応性を有する重合性モノマーとの合計量100重量%に対して、通常は0～30重量%、好ましくは0～15重量%である。

【0026】熱硬化性フェノール樹脂としては、熱硬化性を有するフェノール樹脂であれば特に限定されるものではなく、通常使用されるフェノール系樹脂を使用し得る。この熱硬化性フェノール樹脂の具体例としては、例えば、フェノール、クレゾール、キシレノール、レゾルシノール、アルキルフェノール、変性フェノール（例えば、カシュー変性フェノール、オイル変性フェノールなど）のフェノール系化合物とホルマリン、パラフォルムアルデヒドなどのアルデヒド系化合物との縮合反応により得られるレゾール型またはノボラック型フェノール樹脂などが挙げられ、これらは単独で用いてもよく、また2種以上混合して用いてもよい。

【0027】なお、ノボラック型フェノール樹脂を使用する場合には、硬化に際してアルデヒドやヘキサメチレンテトラミン等のフェノール樹脂用硬化剤として一般に知られている硬化剤を併用する。

【0028】（メタ）アクリル酸系共重合体とフェノール樹脂との配合比は、（メタ）アクリル酸系共重合体100重量部に対して、フェノール樹脂は通常10～150重量部、好ましくは20～80重量部である。10重量部以下のときは熱硬化性に乏しく、硬化後の物性が十分でない。また、150重量部以上のときは常温での粘着力、タックが失われ、粘着剤としての性質が発現されない。

【0029】（架橋剤）架橋剤として使用できる化合物のうち、イソシアネート系化合物の例としては、トリレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネート、キシリレンジイソシアネート、水添キシリレンジイソシアネート、ジフェニルメタンジイソシアネート、水添ジフェニルメタンジイソシアネート、テトラメチルキシリレンジイソシアネート、ナフタレンジイソシアネート、トリフェニルメタントリイソシアネート、ポリメチレンポリフェニルイソシアネートおよびこれらのトリメチロールプロパンなどのポリオールとのアダクト体などを挙げることができる。

【0030】また、エポキシ系化合物の例としては、ビスフェノールA、エピクロロヒドリン型のエポキシ系樹脂、エチレングリシジルエーテル、ポリエチレングリコ

ールジグリシジルエーテル、グリセリンジグリシジルエーテル、グリセリントリグリシジルエーテル、1, 6-ヘキサジオールグリシジルエーテル、トリメチロールプロパントリグリシジルエーテル、ジグリシジルアニリン、ジアミングリシジリアミン、N, N, N', N'-テトラグリシジル-m-キシリレンジアミンおよび1, 3-ビス（N, N'-ジアミングリシジリアミノメチル）シクロヘキサンなどを挙げることができる。

【0031】さらに、アミン系化合物の例としては、ヘキサメチレンジアミン、トリエチルジアミン、ポリエチレンイミン、ヘキサメチレンテトラミン、ジエチレントリアミン、トリエチルテトラミン、イソホロンジアミン、アミノ樹脂およびメチレン樹脂などを挙げることができる。

【0032】またさらに、金属キレート化合物の例としては、アルミニウム、鉄、銅、亜鉛、スズ、チタン、ニッケル、アンチモン、マグネシウム、バナジウム、クロムおよびジルコニウムなどの多価金属がアセチルアセトンやアセト酢酸エチルに配位した化合物などを挙げることができる。

【0033】さらに、アジリジン系化合物の例としては、N, N'-ジフェニルメタン-4, 4'-ビス（1-アジリジンカルボキサイド）、N, N'-トルエン-2, 4-ビス（1-アジリジンカルボキサミド）、トリエチレンメラミン、ビスイソフタロイル-1-（2-メチルアジリジン）、トリ-1-アジリジニルホスヒンオキサイド、N, N'-ヘキサメチレン-1, 6-ビス（1-アジリジンカルボキサイド）、トリメチロールプロパントリ-β-アジリジニルプロピオネートおよびテトラメチロールメタントリ-β-アジリジニルプロピオネートなどを挙げることができる。

【0034】本発明の粘着剤組成物には、必要に応じて、増粘剤、揺変剤、安定剤等の添加剤を配合してもよい。

【0035】増粘剤としては、例えば、アクリルゴム、エピクロロヒドリンゴム、イソプレングム、ブチルゴム等のエラストマー類が挙げられる。揺変剤としては、例えば、シリカ、コロイドシリカ、ポリビニルピロリドン等が挙げられる。また、充填材としては、例えば、炭酸カルシウム、クレイ、タルク等の無機充填材が挙げられる。

【0036】（重合処法）例えば、高分子量（メタ）アクリル系共重合体は、原料モノマー100重量部に対して、0.01～1.0重量部の重合開始剤（アゾビスイソブチロニトリル、アゾビスシクロヘキサンカルボニトリルなどのアゾ系重合開始剤、過酸化ベンゾイル、過酸化アセチルなどの過酸化物、ジフェニルケトン、2-ヒドロキシ-2-メチル-1-フェニルプロパン-1-オンなどの光重合開始剤など）を用い、塊状重合、溶液重合、乳化重合、懸濁重合などの方法により合成され、好

ましくは溶液重合で合成される。

【0037】溶液重合法の場合、重合溶媒として酢酸エチル、トルエン、ヘキサン、アセトンなどの有機溶媒が用いられ、反応温度は50～150℃、好ましくは50ないし110℃、反応時間は3～15時間、好ましくは5～15時間である。

【0038】本発明の粘着剤組成物（粘着テープ）が常温で粘着力を有するのは、フェノール樹脂が未硬化のまま存在している状態では、フェノール樹脂が粘着付与樹脂としての働きをしているためであり、接着強度の増加はフェノール樹脂自体の硬化をフェノール樹脂の硬化温度に上げることにより進行させることによって得られる。

【0039】本発明の粘着剤組成物の熱硬化条件は120～200℃、5～30分間である。

【0040】本発明の粘着剤組成物は、熱硬化型粘着剤である。上述のアクリル系共重合体にフェノール樹脂および架橋剤を配合し、基材に塗工、熱成した後の熱硬化型粘着剤層は、可視光線透過率が20%以上であり、好ましくは50%以上、ブローバック値が50g以上である。

【0041】可視光線透過率は、フェノール樹脂との相溶性および初期粘着性能・タックに関連し、20%以上では初期粘着性能・タックは良好であるが、20%未満ではフェノール樹脂の粘着剤表面へのブリードにより初期粘着性能・タックの低下がみられる。

【0042】ブローバック値はタックに関連し、50g未満では被着体表面との初期接着性が低く、基材のカーブや曲がり癖により剥がれの発生がみられる。

【0043】（粘着テープの基材）本発明の粘着剤組成物を基材の片面または両面に塗布することによって粘着テープとすることができる。基材としては、紙、プラスチック、（不）織布、金属箔など、通常の粘着剤組成物を適用しえるものであればいずれも使用することができる。また、塗装面に被着してこれを保護することもできる。さらに、本発明の粘着テープ上に塗装することもできる。

【0044】（粘着テープの作成）粘着テープは次のようにして作製される。まず、図1に示すように、粘着テープ1は、ポリエステルフィルム等からなる基材2上

に、上述の組成比の配合剤を溶媒（例えば、トルエン、酢酸エチルなど）に溶かし、よく混合して例えば25g/cm²の塗布量でダイコーター、コンマコーター、ロールコーターなどの慣用の手段により塗布し、例えば80～120℃の温度範囲において30秒間～2分間加熱して溶媒を蒸発させた後、この粘着剤層3の上に例えば離型処理を施したグラシン紙等の剥離材4を貼り付けて作成される。

【0045】図1では粘着剤層を基材2の片面にのみ形成した例を示したが、所望により、両面に形成してもよい。

【0046】基材層の厚みは、好ましくは10～500μm、さらに好ましくは25～100μmである。

【0047】粘着剤層の厚みは、好ましくは5～100μmである。

【0048】このようにして製造された粘着テープは、初期接着性に優れ、貼付後、加熱することにより接着力が増すので、仮止めしてその後所望の時に固定するのに適している。硬化後は長期間使用しても十分な耐久性、耐候性、耐水性を保持できる。

【0049】

【実施例】以下の実施例により、本発明をさらに詳細に説明する。

【0050】以下の実施例1～4および比較例に従って、粘着テープをそれぞれ製造した。

【0051】（a）（メタ）アクリル系共重合体の重合下記表2に示す組成のモノマー混合物、重合時使用溶剤および過酸化ベンゾイル0.3重量部を温度計、攪拌機および窒素導入管を備えた反応容器に装入し、この反応容器内の空気を窒素ガスで置換した後、攪拌下に窒素雰囲気中で、この反応溶液を70℃に昇温させ、10時間反応させた。反応後、酢酸エチルで希釈し、固形分35重量%の（メタ）アクリル系共重合体溶液を得た。

【0052】（b）粘着剤組成物の調製
得られたアクリル系共重合体100重量部に対して、表2に示す配合比でフェノール樹脂と架橋剤とを添加し、粘着剤組成物を調製した。

【0053】

【表2】

	アクリル部組成				重合時 使用溶剤		フェノール 樹脂	架橋剤
	C1	C2	C3	C4	S1	S2	P	H
実施例1	87		10	3	100	50	50	0.1
実施例2	57		40	3	95	55	50	0.1
実施例3	27		70	3	90	60	50	0.1
実施例4		56	40	4	105	45	50	0.1
比較例	87		10	3	100	50	—	0.1

C1 ブチルアクリレート (BA)

C2 2-エチルヘキシルアクリレート (2EHA)

C3 メトキシエチルアクリレート (MEA)

C4 アクリル酸 (AA)

S1 酢酸エチル (EtAc)

S2 トルエン (To)

P フェノール樹脂：スミライトレジンPR-13355

住友デュレズ (株) 製

H 架橋剤：テトララッドX (エポキシ系)

三菱ガス化学 (株) 製

【0054】 (c) 粘着テープの作成

表2の各粘着剤組成物を50 μ 厚の東レ (株) 製ポリエステルフィルム上にダイコーターで厚みが20 μ mとなるように塗布し、100℃で3分間乾燥し離型処理を施したグラシン紙を貼って粘着テープを得た。

【0055】 (d) 特性評価

A) 粘着性能

(c) で得た各粘着テープを2種類の条件下で接着力を測定した。すなわち、そのままの状態にて測定して初期接着力、および140℃で20分加熱した後に測定して加熱後接着力を得た。接着力の測定は、JIS Z 0237-8に準拠して行った。すなわち、各粘着テープを25mm幅に切断し、試験片を試験板の長さ方向の中央に貼り付け、圧着装置で300mm/分の速さで1往復圧着する。試験板を引張り試験機に取付け、試験板の下端を180度折り返して上部チャックに固定する。試験板を圧着してから20分後に300mm/分の速さで引き剥がし、その強さをチャートに記録する。引き剥がし長さは100mm以上とする。測定は2枚の試験片について行った。試験場所の条件は23 \pm 2℃、65 \pm 5% RHである。

【0056】なお、測定器具として下記のものを使用した。

【0057】 (1) 引張り試験機： 東測精密工業

(株) 製 引張り試験機 STM-T-100BP (JIS B 7721に規定する低速伸張形引張り試験

機)

(2) 圧着装置： 表面がゴムで被覆された2kgの鋼製のローラが300mm/分で往復駆動されるもの。

【0058】 (3) 試験板： JIS G 4305に規定の厚さ2.0mmのSUS304鋼板を幅50mm、長さ150mmに切断し、その表面をJIS R6253に規定する280番の耐水研磨紙で長さ方向によく磨き、使用にあたり酢酸エチルで清浄にしたもの。

【0059】粘着剤層3は上述の熱硬化型粘着剤からなる。塗工当初は粘着性であるが、熱処理することにより硬化して接着強度が増す。

【0060】得られた結果を表3に示す。表3から明らかに、実施例1～4の粘着テープの場合は、初期接着力が比較的強く、粘着性があり、加熱後は接着力が増した。これに対して、比較例の粘着テープでは、初期接着力が弱く、粘着性が不十分であった。加熱後接着力も幾分増加するものの接着力としては不十分であった。

【0061】イ) 相溶性

次に、相溶性を検討した。相溶性は目視による観察と透過率の測定とにより評価した。

【0062】透過率の測定に用いた測定装置は、UVI DEC-610型可視紫外分光光度計 (日本分光工業 (株) 社製) であり、この測定装置は、フィルタ・グレーティング方式の分光器を用い、可視部用のタングステンランプ (340～910nm) を切替可能に備え、光源からの光をモノクロメータで単色光に分光し、セクタ

鏡で2つの光路に分け、一方は測定試料を、もう一方は溶媒等の対照試料を通過した後、交互に光電子増倍管（広帯域光電子増倍管R928）に入射するようにし、入射光を電気信号に変換し、同期整流した後、デジタル変換してマイクロコンピュータに送り、そこで演算処理してデジタルデータやスペクトルデータとしてCRT画面やチャート上に出力するようにしたものである。光源切替、波長駆動、スリット駆動、フィルタ切替等はマイクロコンピュータによりコントロールされる。

【0063】上記の測定装置を用いて測定は、次のようにして行った。

【0064】1. ガラス板に試料を貼付し、測定器にセットし、透過度を測定して測定値A1を得る。

【0065】2. 試料を貼付していないガラス板を測定器にセットし、透過度を測定して測定値A0を得る。

【0066】3. 上記1および2の結果を比較し、次の式に従って透過率を求める。

【0067】

【数1】

$$\text{透過率} = (1 - (A0 - A1) / A0) \times 100$$

可視光領域全体で透過率を求めるのは実際上困難であるため、400nm～800nm間で、50nm間隔で透過率を求め、平均値を計算して可視光線透過率とする。

【0068】測定結果を表3に示す。表3から明らかなように、外観目視観察の結果は、実施例1～4の粘着テープのいずれも透明であった。一方、可視光線透過率の測定結果は、実施例1～4のいずれも高い透過率を示した。

【0069】ウ) ブローブタック

ニチバン（株）製ブローブタックテスター（ASTM D2979-71（77）準拠）を用いてブローブタック値を求めた。この装置は、ステンレスのブローブ（直径5mm、表面仕上げAA#400研磨および鏡面）を使用し、ブローブ接触時間1.0秒、引き剥がし速度1.0cm/秒で、ロードセル（定格3kgf）により引き剥がす力を測定する。測定精度は0.5%±1 デイジットである。結果はプリンタに出力される。

【0070】得られた結果を表3に示す。表3から明ら*

*かなように、実施例1～4の粘着テープはブローブタック値も良好であった。

【0071】エ) 保存安定性

粘着テープを40℃の温度条件下に保存し、90日後に取り出し、上記ウ)の方法に従ってブローブタックを測定した。

【0072】○印は変化がないことを表わし、×印は低下したことを表わす。

【0073】得られた結果を表3に示す。表3から明らかなように、実施例1～4の粘着テープはいずれも保存安定性に優れている。

【0074】オ) 耐候性

粘着テープを鋼板に貼り、サンシャイン・ウェザオメーター（スガ試験機社製）にて500時間耐候性試験を行い、外観を観察した。

【0075】○印は異常がないことを表わし、×印は変色、テープの剥がれが発生したことを表わす。

【0076】得られた結果を表3に示す。表3から明らかなように、実施例1～4の粘着テープはいずれも耐候性に優れているが、比較例の粘着テープは耐候性が不十分である。

【0077】カ) 耐水性

粘着テープを鋼板に貼り、23℃の水中に浸漬、500時間後の外観を観察した。

【0078】○印は、異常がないことを表わし、×印は水の侵入が観察されたことを表わす。

【0079】得られた結果を表3に示す。表3から明らかなように、実施例1～4の粘着テープはいずれも耐水性に優れているが、比較例の粘着テープは耐水性が不十分である。

【0080】以上の結果からわかるように、本発明の粘着剤組成物および粘着テープは、十分な初期接着力と外観目視による透明性あるいは可視光線透過率で表されるフェノール樹脂との十分な相溶性を兼ね備え、さらに保存安定性、耐候性、耐水性のいずれにおいても優れている。

【0081】

【表3】

	初期接着力 g/25	加熱後接着力 g/25	外観	透過率 %	ブローブ タック g	保存 安定 性	耐 候 性	耐 水 性
実施例1	2600	3500	透明	90	150	○	○	○
実施例2	2700	3550	透明	90	100	○	○	○
実施例3	2850	3600	透明	90	80	○	○	○
実施例4	2300	2500	透明	90	200	○	○	○
比較例	1000	1300	透明	90	200	○	×	○

加熱条件 140℃、20分

【0082】

50 【発明の効果】本発明の粘着剤組成物および粘着テープ

によれば、常温で粘着力を有し、加熱によってさらに硬化して強い接着力を発現し、長期間にわたり、耐久性、耐候性、耐水性を有する粘着テープを得ることができ、例えば構造部材用、鋼板・樹脂等の防食用、表面保護用などをはじめ、種々の用途に好適に使用することができるという効果を奏する。

【0083】また、上述のように、保存安定性に優れ、常温で粘着力を有し、加熱によってさらに硬化して強い接着力を発現するので、仮止めすることができ、位置決めが完了してから熱を加えて硬化させることができるので作業効率がよいという作用効果を奏する。

【0084】また、使用時に粘着剤であるが、経時的に凝集強度が向上するものと異なり、所望の時に短時間で硬化させることができるので、最終的接着力を発現するのに時間を要しないという作用効果を奏する。

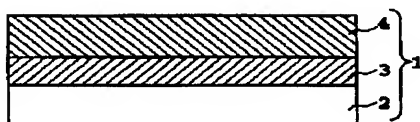
【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の粘着テープを示す断面図である。

【符号の説明】

- 1 粘着テープ
- 2 基材
- 3 粘着剤層
- 4 剥離層

【図1】



フロントページの続き

(51) Int. Cl.⁶

識別記号

F I

(C 0 9 J 133/14
163:00)

(72)発明者 野手 俊作

東京都板橋区本町23番23号 リンテック株
式会社内